

Express Mail No. 24 011 475 037 43
Applicant: Okimitsu YASUDA et al.
Title: Sulfuric Acid Rycycle Apparatus

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年11月21日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-354784

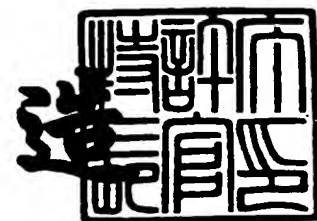
出 願 人
Applicant(s):

株式会社サンテックシステム

2001年 8月 3日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3069825

【書類名】 特許願

【整理番号】 STC1-0002

【提出日】 平成12年11月21日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C01B 17/88

C02F 1/02

【発明者】

【住所又は居所】 三重県員弁郡東員町城山 1 - 2 3 - 1 0

【氏名】 安田 興光

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市金沢区能見台 1 - 1 7 - 2

【氏名】 藤井 誠一

【特許出願人】

【識別番号】 595175943

【氏名又は名称】 株式会社サンテックシステム

【代理人】

【識別番号】 100079083

【弁理士】

【氏名又は名称】 木下 實三

【電話番号】 03(3393)7800

【選任した代理人】

【識別番号】 100094075

【弁理士】

【氏名又は名称】 中山 寛二

【電話番号】 03(3393)7800

【選任した代理人】

【識別番号】 100106390

【弁理士】

【氏名又は名称】 石崎 剛

【電話番号】 03(3393)7800

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-178451

【出願日】 平成12年 6月14日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 5 021924

【納付金額】理機 7 月 21,000 円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 建築図面 1枚 建築図面 1枚 建築図面 1枚

【物件名】時、前記要約書添付の地籍簿を照合する別添付資料に添付した図面は、

【包括委任状番号】 0006680 株式会社日立製作所 東京市千代田区有楽町一丁目三番地

【プルーフの要否】 要

[illegible]

「あ、うん」 詩集の1または請求額2に記載の価額に「ヤ」を記載し、

[illegible]

Journal of Interpersonal Violence 29(6) 1078-1094
© The Author(s) 2014

[illegible]

1950-1951 1952-1953 1954-1955 1956-1957 1958-1959 1960-1961 1962-1963 1964-1965 1966-1967 1968-1969 1970-1971 1972-1973 1974-1975 1976-1977 1978-1979 1980-1981 1982-1983 1984-1985 1986-1987 1988-1989 1990-1991 1992-1993 1994-1995 1996-1997 1998-1999 2000-2001 2002-2003 2004-2005 2006-2007 2008-2009 2010-2011 2012-2013 2014-2015 2016-2017 2018-2019 2020-2021 2022-2023 2024-2025 2026-2027 2028-2029 2030-2031 2032-2033 2034-2035 2036-2037 2038-2039 2040-2041 2042-2043 2044-2045 2046-2047 2048-2049 2050-2051 2052-2053 2054-2055 2056-2057 2058-2059 2060-2061 2062-2063 2064-2065 2066-2067 2068-2069 2070-2071 2072-2073 2074-2075 2076-2077 2078-2079 2080-2081 2082-2083 2084-2085 2086-2087 2088-2089 2090-2091 2092-2093 2094-2095 2096-2097 2098-2099 2100-2101 2102-2103 2104-2105 2106-2107 2108-2109 2110-2111 2112-2113 2114-2115 2116-2117 2118-2119 2120-2121 2122-2123 2124-2125 2126-2127 2128-2129 2130-2131 2132-2133 2134-2135 2136-2137 2138-2139 2140-2141 2142-2143 2144-2145 2146-2147 2148-2149 2150-2151 2152-2153 2154-2155 2156-2157 2158-2159 2160-2161 2162-2163 2164-2165 2166-2167 2168-2169 2170-2171 2172-2173 2174-2175 2176-2177 2178-2179 2180-2181 2182-2183 2184-2185 2186-2187 2188-2189 2190-2191 2192-2193 2194-2195 2196-2197 2198-2199 2200-2201 2202-2203 2204-2205 2206-2207 2208-2209 2210-2211 2212-2213 2214-2215 2216-2217 2218-2219 2220-2221 2222-2223 2224-2225 2226-2227 2228-2229 2230-2231 2232-2233 2234-2235 2236-2237 2238-2239 2240-2241 2242-2243 2244-2245 2246-2247 2248-2249 2250-2251 2252-2253 2254-2255 2256-2257 2258-2259 2260-2261 2262-2263 2264-2265 2266-2267 2268-2269 2270-2271 2272-2273 2274-2275 2276-2277 2278-2279 2280-2281 2282-2283 2284-2285 2286-2287 2288-2289 2290-2291 2292-2293 2294-2295 2296-2297 2298-2299 2300-2301 2302-2303 2304-2305 2306-2307 2308-2309 2310-2311 2312-2313 2314-2315 2316-2317 2318-2319 2320-2321 2322-2323 2324-2325 2326-2327 2328-2329 2330-2331 2332-2333 2334-2335 2336-2337 2338-2339 2340-2341 2342-2343 2344-2345 2346-2347 2348-2349 2350-2351 2352-2353 2354-2355 2356-2357 2358-2359 2360-2361 2362-2363 2364-2365 2366-2367 2368-2369 2370-2371 2372-2373 2374-2375 2376-2377 2378-2379 2380-2381 2382-2383 2384-2385 2386-2387 2388-2389 2390-2391 2392-2393 2394-2395 2396-2397 2398-2399 2400-2401 2402-2403 2404-2405 2406-2407 2408-2409 2410-2411 2412-2413 2414-2415 2416-2417 2418-2419 2420-2421 2422-2423 2424-2425 2426-2427 2428-2429 2430-2431 2432-2433 2434-2435 2436-2437 2438-2439 2440-2441 2442-2443 2444-2445 2446-2447 2448-2449 2450-2451 2452-2453 2454-2455 2456-2457 2458-2459 2460-2461 2462-2463 2464-2465 2466-2467 2468-2469 2470-2471 2472-2473 2474-2475 2476-2477 2478-2479 2480-2481 2482-2483 2484-2485 2486-2487 2488-2489 2490-2491 2492-2493 2494-2495 2496-2497 2498-2499 2500-2501 2502-2503 2504-2505 2506-2507 2508-2509 2510-2511 2512-2513 2514-2515 2516-2517 2518-2519 2520-2521 2522-2523 2524-2525 2526-2527 2528-2529 2530-2531 2532-2533 2534-2535 2536-2537 2538-2539 2540-2541 2542-2543 2544-2545 2546-2547 2548-2549 2550-2551 2552-2553 2554-2555 2556-2557 2558-2559 2560-2561 2562-2563 2564-2565 2566-2567 2568-2569 2570-2571 2572-2573 2574-2575 2576-2577 2578-2579 2580-2581 2582-2583 2584-2585 2586-2587 2588-2589 2590-2591 2592-2593 2594-2595 2596-2597 2598-2599 2600-2601 2602-2603 2604-2605 2606-2607 2608-2609 2610-2611 2612-2613 2614-2615 2616-2617 2618-2619 2620-2621 2622-2623 2624-2625 2626-2627 2628-2629 2630-2631 2632-2633 2634-2635 2636-2637 2638-2639 2640-2641 2642-2643 2644-2645 2646-2647 2648-2649 2650-2651 2652-2653 2654-2655 2656-2657 2658-2659 2660-2661 2662-2663 2664-2665 2666-2667 2668-2669 2670-2671 2672-2673 2674-2675 2676-2677 2678-2679 2680-2681 2682-2683 2684-2685 2686-2687 2688-2689 2690-2691 2692-2693 2694-2695 2696-2697 2698-2699 2700-2701 2702-2703 2704-2705 2706-2707 2708-2709 2710-2711 2712-2713 2714-2715 2716-2717 2718-2719 2720-2721 2722-2723 2724-2725 2726-2727 2728-2729 2730-2731 2732-2733 2734-2735 2736-2737 2738-2739 2740-2741 2742-2743 2744-2745 2746-2747 2748-2749 2750-2751 2752-2753 2754-2755 2756-2757 2758-2759 2760-2761 2762-2763 2764-2765 2766-2767 2768

19. 2010年12月31日，甲公司“应付账款”科目所属各明细科目期末贷方余额如下表所示：

【書類名】 明細書

【発明の名称】 硫酸リサイクル装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 硫酸および過酸化水素水を混合してなるウェハ洗浄液中の硫酸をリサイクルする硫酸リサイクル装置であって、

少なくとも導入口および排出口の 2 つの開口部を有し、前記導入口から導入されたウェハ洗浄処理後のウェハ洗浄廃液中の硫酸を濃縮して濃縮硫酸とした後、この濃縮硫酸を前記排出口から排出する反応槽と、前記濃縮硫酸をウェハ処理槽へ送る供給装置と、を備えることを特徴とする硫酸リサイクル装置。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の硫酸リサイクル装置において、前記反応槽には、前記ウェハ洗浄廃液を加熱する加熱装置が設けられるとともに、加熱により前記ウェハ洗浄廃液から発生する気体を排気する排気口が形成され、

この排気口には、前記気体を吸引する吸引装置が設けられていることを特徴とする硫酸リサイクル装置。

【請求項 3】 請求項 1 または請求項 2 に記載の硫酸リサイクル装置において、

前記反応槽の内部には、前記ウェハ洗浄廃液の進行方向を変える複数の仕切板と、これらの仕切板よりも反応槽の排出口側に設置され、前記濃縮硫酸を表面に沿って流す傾斜板とが設けられていることを特徴とする硫酸リサイクル装置。

【請求項 4】 請求項 3 に記載の硫酸リサイクル装置において、前記傾斜板の表面には、凹凸が形成されていることを特徴とする硫酸リサイクル装置。

【請求項 5】 請求項 1 から請求項 4 のいずれかに記載の硫酸リサイクル装置において、

前記反応槽は、この反応槽の天井面に付着した水滴が、前記濃縮硫酸に混入することを防止する水滴収納槽を有することを特徴とする硫酸リサイクル装置。

【請求項 6】 請求項 1 から請求項 5 のいずれかに記載の硫酸リサイクル装置において、

前記濃縮硫酸に新しい硫酸を供給することを特徴とする硫酸リサイクル装置。

【請求項 7】 請求項 2 から請求項 6 のいずれかに記載の硫酸リサイクル装置において、

前記反応槽内の加熱温度を 1 5 0℃以上 3 1 5℃以下とすることを特徴とする硫酸リサイクル装置。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、硫酸リサイクル装置に関し、例えば、半導体製造工程のウェハプロセスに使用される硫酸のリサイクル装置等に好適に利用できる。

【0 0 0 2】

【背景技術】

従来から、半導体製造工程のウェハプロセスにおいて、ウェハに塗布したレジストの剥離や、ウェハ表面に付着した有機物の除去を行うために、硫酸と過酸化水素水とを混合したウェハ洗浄液を多量に使用している。

使用後のウェハ洗浄廃液は、過酸化水素水の分解で生じた水により、その濃度が低下することから、再利用することが困難であり、しかも、その廃棄コストや回収コストが安価であることから、通常、そのまま廃棄処理されている。

【0 0 0 3】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このように多量の物質を使用し、それを廃棄することを繰り返してきた結果、今日の環境問題が生じていることを考慮すると、廃棄コストが安価であるからといって、ウェハ洗浄廃液を廃棄処理することは、環境保護対策上好ましくない。

また、硫酸自体が強酸性の劇薬であるため、そのまま廃棄することはできず、中和処理、凝集沈殿処理等を行った後に廃棄する必要がある。このような事情から、硫酸の廃棄処理には、多量の薬品を必要とするという問題がある。

したがって、硫酸の廃棄量を低減することが環境保護対策上重要な課題であり、ウェハ洗浄後の濃度の低下した硫酸を濃縮して、再び同じ用途に利用可能な硫

とする技術の開発が望まれている。

【0004】

本発明の目的は、ウェハ洗浄後の濃度の低下した硫酸を、再利用可能な濃度まで濃縮できる硫酸リサイクル装置を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明に係る硫酸リサイクル装置は、硫酸および過酸化水素水を混合してなるウェハ洗浄液中の硫酸をリサイクルする硫酸リサイクル装置であって、少なくとも導入口および排出口の2つの開口部を有し、前記導入口から導入されたウェハ洗浄処理後のウェハ洗浄廃液中の硫酸を濃縮して濃縮硫酸とした後、この濃縮硫酸を前記排出口から排出する反応槽と、前記濃縮硫酸をウェハ洗浄処理槽へ送る供給装置と、を備えることを特徴とする。

【0006】

すなわち、本発明の硫酸リサイクル装置は、ウェハ洗浄廃液から、残留過酸化水素水および過酸化水素水の分解により生ずる水等を除去して、硫酸を濃縮するとともに、濃縮硫酸を再びウェハ処理槽に戻して、ウェハの洗浄に再利用する装置である。

【0007】

本発明における反応槽としては、ウェハ洗浄廃液を濃縮処理時に一時的に溜めておくことができ、かつ、濃縮条件下で硫酸、過酸化水素水に対する耐蝕性を有するものであればよい。このような反応槽の材質には、例えば、石英ガラスを使用することができる。

濃縮硫酸をウェハ処理槽へ送る供給装置としては、例えば、圧力差により流体を送る装置であるポンプを用いることができる。この場合、反応槽からウェハ処理槽へ濃縮硫酸を直送することもできるが、濃縮時に加熱を行う場合もあり、濃縮硫酸が高温の場合もあることを考慮すると、反応槽とウェハ処理槽との間に冷却槽を設けておくのが好ましい。

なお、ポンプとしては、回転ポンプ、ダイヤフラムポンプ、その他種々のポンプを用いることができる。

【 0 0 0 8 】

本発明によれば、ウェハ洗浄廃液中の硫酸を濃縮する反応槽と、得られた濃縮硫酸をウェハ処理槽へ送る供給装置とを備えている。したがって、ウェハ洗浄廃液中の水や過酸化水素水を濃縮除去することができるとともに、得られた濃縮硫酸を、ウェハ処理槽へ送り、再びウェハの洗浄に利用することができる。しかも、ウェハの洗浄から、ウェハ洗浄廃液中の硫酸の濃縮、そして濃縮硫酸の再利用までを連続的に行うことができ、非常に効率的である。これらにより、ウェハ洗浄処理コストも低減することができる。

【 0 0 0 9 】

以上において、前記反応槽には、前記ウェハ洗浄廃液を加熱する加熱装置が設けられるとともに、加熱により前記ウェハ洗浄廃液から発生する気体を排気する排気口が形成され、この排気口には、前記気体を吸引する吸引装置が設けられていることが好ましい。

すなわち、加熱濃縮時にウェハ洗浄廃液中から水や過酸化水素水の蒸気が発生するが、これらの気体を自然拡散により外部に放出させるのではなく、積極的に反応槽に形成された排気口から吸引除去することで、硫酸の濃縮が迅速に行えるようになる。

【 0 0 1 0 】

ここで、加熱装置としては、反応槽内のウェハ洗浄廃液を加熱できる装置であれば、その加熱方法等には特に限定はない。すなわち、反応槽を外部から加熱する装置でもよく、反応槽内部から加熱する装置でもよい。特に、直接ウェハ洗浄廃液を加熱できるタイプの加熱装置を用いることで、効率的に加熱が行え、硫酸の濃縮も迅速に行うことができる。このような加熱装置としては、例えば、タンタルやタングステン製のヒータの周囲を石英ガラス管で覆ったものを採用できる。

また、吸引装置としては、例えば、減圧を利用して気体を吸引する装置であるアスピレータ等を用いることができる。このようなアスピレータを用いることで反応槽内を減圧下にさらし、水、過酸化水素水の沸点を低下させることもでき、これらの除去を一層促進できる。

【 0 0 1 1 】

また、反応槽の内側には、前記ウェハ洗浄廃液の進行方向を変える複数の仕切板と、これらの仕切板よりも反応槽の排出口側に設置され、前記濃縮硫酸を表面に沿って流す傾斜板とが設けられていることが好ましい。

仕切板を複数設ける際には、例えば、ウェハ洗浄液を上下に対流させながら、反応槽に設けられた排出口側に流せるような配置とすることが好ましい。すなわち、仕切板を3枚使用する場合には、反応槽の導入口側に位置する第1仕切板を反応槽の底面から離して設置し、この第1仕切板の隣に位置する第2仕切板を反応槽の底面に接触するように設置するとともに、その上面位置を第1仕切板のそれよりも低くし、排出口側に位置する第3仕切板を第1仕切板同様に底面から離して設置する。

【 0 0 1 2 】

このように設置することで、導入口から導入されたウェハ洗浄廃液は、第1仕切板の下面と反応槽の底面との隙間から第2仕切板側に移行し、移行したウェハ洗浄廃液が、第2仕切板の上面高さ以上に満たされると第3仕切板側に以降して第3仕切板と傾斜板との間に溜まることとなる。さらに、この第3仕切板と傾斜板との間の濃縮硫酸が、傾斜板の上面高さ以上に溜まると、傾斜板の表面に沿って流れて排出口へ移行することとなる。したがって、ウェハ洗浄廃液をじっくりと加熱等することができ、十分な濃縮を行うことができる。

【 0 0 1 3 】

しかも、傾斜板を設けて、その表面を濃縮硫酸が流れ落ちるようにしているから、排出口へ送られる際の濃縮硫酸の表面積が大きくなり、わずかに残留している水等の除去が一層進むこととなり、濃縮硫酸の質を向上させることができる。

なお、濃縮硫酸の濃度をより一層高め、その質を向上させるためには、傾斜板の表面に凹凸が形成されていることが好ましい。このように、表面に凹凸を形成することで、傾斜板の表面積が一層大きくなり、水等の除去が効率的に行えることとなる。

なお、仕切板および傾斜板の材質としては、高温の濃硫酸に対しても耐蝕性のある材質のものを使用することができ、例えば、反応槽同様に、石英ガラスを用

いることができる。

【0014】

さらに、前記反応槽は、この反応槽の天井面に付着した水滴が、前記濃縮硫酸に混入することを防止する水滴収納槽を有することが好ましい。

水滴収納槽は、最終的な濃縮硫酸へ水が混入するのを防止するために、排出口の上方へ設けることが好ましく、前述の排気口が形成されている場合には、その下部を覆うように設けるのが理想的である。

このような水滴収納槽を設けることで、ウェハ洗浄廃液から一旦除去された水が、再び濃縮硫酸へ混入して濃度の低下を招くことを防止することができる。

【0015】

以上で説明したウェハ洗浄廃液の加熱濃縮により得られた濃縮硫酸には、硫酸が減った場合には、新しい硫酸を供給することが好ましい。

ここで、新しい硫酸を供給する手段としては、前述した供給装置と同様のポンプにより、硫酸リサイクル装置内に別途設けられた硫酸タンクから新しい硫酸ぐみ上げて供給する手段を採用することができる。

このように新しい硫酸を供給できる装置とすることで、ウェハ洗浄廃液から得られた濃縮硫酸の濃度が所望の値よりも低い場合に、その濃度を高めることができるようになる。

なお、このような装置を使用した場合でも、ウェハ洗浄廃液を全て廃棄処理するのに比べれば、新しい硫酸の使用量は、格段に少なくすることができる。

【0016】

さらに、前記反応槽内の加熱温度を 150°C 以上 315°C 以下とする構成が好ましく、 180°C 以上 250°C 以下がより好ましい。

加熱温度が 315°C を越えると、反応槽として使用される部品の材質が高い耐火性の部材に制限されるとともに、蒸気の発生量が増加するため、装置が大型化、複雑化するといった不具合がある。加熱温度が 150°C 未満であると、硫酸濃縮効率（脱水効率）が悪く、所期の効果を達成することができない。

【0017】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。

〔第 1 実施形態〕

本発明の第 1 実施形態を図 1 から図 3 に基づいて説明する。

図 1 および図 2 には、第 1 実施形態に係る硫酸リサイクル装置 1 の概略構成が示されている。

硫酸リサイクル装置 1 は、反応槽 1 0 と、この反応槽 1 0 に取り付けられた加熱装置としての第 1 ～第 3 ヒータ 2 0 A、2 0 B、2 0 C と、吸引装置としてのアスピレータ 3 0 と、原料槽 4 0 と、濃度調節槽 5 0 と、冷却槽 6 0 と、供給装置としてのポンプ 7 0 を主要構成要素として備えている。

【0 0 1 8】

反応槽 1 0 は、石英ガラスでできており、図 1 中左上面にウェハ洗浄廃液 A を導入する導入口 1 2 と、図 1 中右下面に濃縮硫酸 B を排出する排出口 1 3 と、図 1 中右上面に加熱によ発生する水蒸気等の気体を排気する排気口 1 4 との 3 つの開口部を備えている。なお、反応槽 1 0 は、その底面 1 0 A および側面 1 0 B の外側を保温材 1 8 で覆われている。

導入口 1 2 には、第 1 バルブ 9 1 を有するフッ素樹脂製の廃液注入管 7 1 が取り付けられ、この廃液注入管 7 1 を介してウェハ洗浄廃液 A を貯留しておく原料槽 4 0 と連結されている。

排出口 1 3 には、濃縮硫酸 B を濃度調節槽 5 0 へ送るフッ素樹脂製の濃縮硫酸排出管 7 2 が取り付けられている（図 2 参照）。

【0 0 1 9】

排気口 1 4 には、排気管 7 3 が取り付けられている。この排気管 7 3 を介して反応槽 1 0 がアスピレータ 3 0 と連結されている。

排気管 7 3 の略中央部には、水冷式の冷却装置 3 1 が取り付けられている。この冷却装置 3 1 には、冷却水管 3 1 A が取り付けられており、硫酸リサイクル装置 1 の外部から冷却水管 3 1 A に導入された水は、冷却装置 3 1 内を流れた後、再び硫酸リサイクル装置 1 の外部へ排出されていく。

ここで、アスピレータ 3 0 には、吸気管 3 0 A および脱気管 3 0 B が取り付けられており、吸気管 3 0 A を通じて硫酸リサイクル装置 1 の外部からアスピレー

タ 30 内に乾燥空気を取り入れつつ、脱気管 30 B により取り入れた乾燥空気および反応槽 10 内の脱気を行う。このアスピレータ 30 により、濃縮処理中の反応槽 10 内は、所定の減圧状態に維持されることとなる。

【0020】

また、排気管 73 は、冷却装置 31 よりもアスピレータ 30 側で分岐された側管 73 A を有し、この側管 73 A は、水等を溜めるトラップ槽 32 まで延びている。このトラップ槽 32 の底面には、第 2 バルブ 92 を有するドレン管 74 が取り付けられ、トラップ槽 32 に溜まった水等は、これを通じて外部へ排出されることとなる。なお、トラップ槽 32 には、2 個の液面レベルセンサ 85 A が取り付けられており、これらにより、内部の液量が一定範囲に保たれるように第 2 バルブ 92 の開き度合いが調節されている。

【0021】

反応槽 10 の内側には、図 2 に示されるように、導入口 12 側から排出口 13 側へ向かって、石英ガラス製の第 1 ～第 3 仕切板 11 A、11 B、11 C が、この順に設置され、ウェハ洗浄廃液 A の進行方向を変化させるようにしている。

ここで、第 1 仕切板 11 A は、反応槽 10 の底面 10 A から所定間隔離して設置されている。また、第 2 仕切板 11 B は、反応槽 10 の底面 10 A との間に隙間が生じないように設置されている。なお、第 2 仕切板 11 B の上端位置は、第 1 仕切板 11 A の上端位置よりも低く設定され、第 1 仕切板 11 A と第 2 仕切板 11 B との間に移行したウェハ洗浄廃液 A が逆流しないようにされている。さらに、第 3 仕切板 11 C は、第 1 仕切板 11 A 同様に、底面 10 A から所定間隔離して設置されている。

【0022】

第 3 仕切板 11 C と、排出口 13 との間には、石英ガラス製の傾斜板 16 が設置されている。傾斜板 16 は、図 3 に示されるように、上端部がノコギリ刃状に形成された垂直壁 16 A と、この垂直壁 16 A と一体形成され、垂直壁 16 A から排出口 13 側へ裾が広がるように延びた傾斜壁 16 B とを備えている。これらの垂直壁 16 A および傾斜壁 16 B の表面には、その表面積を向上させる目的で、多数の凹凸 16 C が形成されている。本実施形態では、凹凸 16 C は、突起状

に形成されているが、この形状は任意であり、突起状に限らず、横方向に複数本の溝が形成された波板状、上下方向に複数本の溝が形成された形状でもよい。

図2に戻って、反応槽10の内側面には、排気口14の下部を覆うようにして、反応槽10の右側上部壁面から張り出すように、石英ガラス製の水滴収納槽17が設けられている。

【0023】

さらに、反応槽10の天井面10Cを貫通するようにして、第1～第3ヒータ20A、20B、20Cが、その下端をウェハ洗浄廃液A内に浸るようにして取り付けられている。これら各ヒータ20は、タングステン製のヒータの周囲を石英ガラス管で覆ったものである。

ここで、第1ヒータ20Aは、前述の第1仕切板11Aと第2仕切板11Bとの間に設けられ、第2ヒータ20Bは、第2仕切板11Bと第3仕切板11Cとの間に設けられ、第3ヒータ20Cは、第3仕切板11Cと傾斜板16との間に設けられている。これらにより、各仕切板11および傾斜板16で仕切られた各空間内のウェハ洗浄廃液Aを、約180～195℃まで加熱する。

【0024】

そして、第1仕切板11Aと第1ヒータ20Aとの間、第2仕切板11Bと第2ヒータ20Bとの間、第3仕切板11Cと第3ヒータ20Cとの間には、それぞれ2本の温度センサ80が取り付けられ、濃縮処理中のウェハ洗浄廃液Aの温度を検知している。

さらに、第1ヒータ20Aと第2仕切板11Bとの間、第3ヒータ20Cと傾斜板16との間には、それぞれ液面レベルセンサ85Bが取り付けられ、これらにより、反応槽10内のウェハ洗浄廃液Aがほぼ一定量に保たれるように、第1バルブ91の開き度合いを調節している。

【0025】

図1に戻って、原料槽40は、石英ガラスでできており、その下端中央付近には、前述の廃液注入管71が取り付けられ、これにより反応槽10と連結されている。また、原料槽40の内部には、硫酸リサイクル装置1の外部に設置されているウェハ処理槽100から延びるフッ素樹脂製の原料輸送管75が導入されて

いる。この原料輸送管 75 には、第 3 バルブ 93 が設けられている。

さらに、原料槽 40 には、3 個の液面レベルセンサ 85 C が取り付けられており、これらにより、原料槽 40 内部のウェハ洗浄廃液 A の量が一定範囲に保たれるように、第 3 バルブ 93 の開き度合いを調節している。

【0026】

濃度調節槽 50 は、石英ガラスでできており、反応槽 10 の排出口 13 から延びたフッ素樹脂製の濃縮硫酸排出管 72 がその内部に導入されているとともに、下端からは、冷却槽 60 まで延びるフッ素樹脂製の濃縮硫酸注入管 76 が取り付けられている。この濃縮硫酸注入管 76 の略中央付近には、第 4 バルブ 94 が設けられている。

さらに、濃縮硫酸 B の濃度調節用の新しい硫酸を注入するフッ素樹脂製の硫酸注入管 77 の一端が、濃度調節槽 50 の内部に導入されている。この硫酸注入管 77 の他の一端は、硫酸リサイクル装置 1 の内部に設置された硫酸タンク 101 内に導入されている。硫酸注入管 77 の略中央部には、硫酸輸送ポンプ 77 A および第 5 バルブ 95 が設けられている。これらにより、反応槽 10 で得られた濃縮硫酸の濃度が所定の濃度未満の場合に、硫酸タンク 101 から、硫酸輸送ポンプ 77 A で硫酸をくみ上げ、硫酸注入管 77 を通じて濃度調節槽 50 に注入し、濃縮硫酸 B の濃度を所定値まで上昇させる。

また、濃度調節槽 50 にも、2 個の液面レベルセンサ 85 D が取り付けられ、これらにより、濃度調節槽 50 内の濃縮硫酸 B の量が所定範囲に保たれるように、第 1 バルブ 91 および第 5 バルブ 95 の開き度合いを調節している。

【0027】

冷却槽 60 は、石英ガラスでできており、前述の濃縮硫酸注入管 76 がその内部に導入されるとともに、下端中央部からは、ウェハ処理槽 100 まで延びるフッ素樹脂製の硫酸輸送管 78 が取り付けられている。また、この硫酸輸送管 78 には、供給装置であるポンプ 70 が取り付けられるとともに、さらにポンプ 70 とウェハ処理槽との間に第 6 バルブ 96 が取り付けられている。また、冷却槽 60 には、3 個の液面レベルセンサ 85 E が取り付けられており、これらにより、内部の濃縮硫酸 B の量がほぼ一定範囲に保たれるように、第 4 バルブ 94 の開き度

合いが調節されている。

この冷却槽 60 内に貯留された濃縮硫酸 B は、ポンプ 70 に悪影響を与えない程度の温度まで空冷された後、ポンプ 70 により硫酸輸送管 78 を通じてウェハ処理槽 100 まで送られることとなる。

【0028】

なお、原料槽 40、濃度調節槽 50、冷却槽 60 には、排気ライン 79 が取り付けられており、各槽 40、50、60 内に発生した水蒸気等のガスを硫酸リサイクル装置 1 の外部に排出できるようにされている。

【0029】

以上のように構成された硫酸リサイクル装置 1 を用いた硫酸のリサイクルは、次のように行う。

まず、硫酸リサイクル装置 1 に、ウェハ処理槽 100 を接続する。この際の接続は、前述の原料輸送管 75 により行い、原料輸送管 75 の一端をウェハ処理槽 100 に連結するとともに、他の一端を原料槽 40 の内部に導入することで行う。なお、原料輸送管 75 のウェハ処理槽 100 側には、適宜フィルタ 75A を設けておく。

ウェハ処理槽 100 で硫酸と過酸化水素水とを、重量比で約 85 : 1.5 の割合で混合したウェハ洗浄液 C を調整し、このウェハ洗浄液 C を約 14.5℃ に加熱して、ウェハの洗浄を行う。

【0030】

洗浄後の硫酸濃度が低下したウェハ洗浄廃液 A を、原料輸送ポンプ 75B で原料槽 40 へ所定速度で送る。この際、原料槽 40 に設けられた 3 個の液面レベルセンサ 85C が、原料槽 40 内の液面レベルを検知し、ウェハ洗浄廃液 A の量を所定範囲に保つように第 3 バルブ 93 の開き具合を調節する。

原料槽 40 内に一旦貯留されたウェハ洗浄廃液 A は、ここから、反応槽 10 へ所定速度で注入されることとなる。ここでも、反応槽 10 内のウェハ洗浄廃液 A がほぼ一定量に保たれるように、液面レベルセンサ 85B により液面レベルを検知しつつ、検知された液面レベルに応じて第 1 バルブ 91 の開き具合が調節されることとなる。

【0031】

反応槽10内に注入されたウェハ洗浄廃液Aは、先ず第1仕切板11Aの下端と反応槽10の底面10Aとの隙間から、第1仕切板11Aと第2仕切板11Bとの間に移行する。ここで、180～195℃に加熱された第1ヒータ20Aによって、ウェハ洗浄廃液Aは徐々に加熱され、その内部に含有される水等が除去され始める。続いて、加熱されたウェハ洗浄廃液Aは、反応槽10の底面10Aから上方に対流して第2仕切板11Bの上端部から第2仕切板11Bと第3仕切板11Cとの間に移行する。ここで、同じく180～195℃に加熱された第2ヒータ20Bにより、ウェハ洗浄廃液Aは、さらに加熱されて硫酸の濃縮が進行する。

【0032】

上述の段階的な加熱により硫酸の濃縮が進行したウェハ洗浄廃液Aは、第2仕切板11Bの上端側から底面10A側へ対流して、第3仕切板11Cの下端と反応槽10の底面10Aとの間の隙間から、第3仕切板11Cと傾斜板16との間に移行する。ここで、同じく180～195℃に加熱された第3ヒータ20Cにより、ウェハ洗浄廃液Aは、さらに加熱が続けられて硫酸の濃縮が進行する。ここで濃縮が進行したウェハ洗浄廃液Aは、底面10A側から再び上方へ対流し、ソコギリ刃状に形成された傾斜板16の上端部から、傾斜板16の表面に形成された凹凸16C上を流れ、ここで最終的に95%程度の濃度まで濃縮された濃縮硫酸Bとなる。

このようにして得られた濃縮硫酸Bは、反応槽10の排出口13から濃縮硫酸排出管72を通じて、濃度調節槽50に送られる。

【0033】

以上の濃縮処理の間、反応槽10の排気口14に連結されたアスピレータ30により、反応槽10内は所定の減圧状態に保たれる。また、アスピレータ30で加熱により生じた水蒸気等を排気管73内へ吸引し、これを再び冷却装置31により冷却液化した後、側管73Aを通じてトラップ槽32へ貯留する。トラップ槽32に所定量以上に溜まった水等は、ドレン管74を通じて硫酸リサイクル装置1の外部へ排出される。なお、トラップ槽32まで吸引されずに排気口14付

近で液化した水等は、反応槽 1 0 の内壁面を伝って下降し、水滴収納槽 1 7 に収納されることとなる。

また、濃縮処理中は、反応槽 1 0 に取り付けられた温度センサ 8 0 により、ウェハ洗浄廃液 A の温度を検知し続ける。

なお、図示はしていないが、反応槽 1 0 内のウェハ洗浄廃液 A には、窒素ガスを所定量バブリングさせ、積極的に水蒸気を追い出すようにしている。

【 0 0 3 4 】

濃度調節槽 5 0 に送られた濃縮硫酸 B は、新しい硫酸を供給することにより濃度調節が行われる。すなわち、硫酸タンク 1 0 1 から新しい硫酸をくみ上げ、これを硫酸注入管 7 7 を通じて濃度調節槽 5 0 内に注入して濃縮硫酸 B と混合し、濃度を調節する。この際、液面レベルセンサ 8 5 D により全液量が所定量に保たれるように、第 5 バルブ 9 5 の開き具合が調節される。

この濃度調節槽 5 0 では、濃縮硫酸 B の濃度を約 9 5 % 程度に調節する。

【 0 0 3 5 】

濃度調節槽 5 0 で所定の濃度に調節された濃縮硫酸 B は、続いて、濃縮硫酸注入管 7 6 を通じて冷却槽 6 0 に送られ、ここで、約 8 0 ℃ 程度の温度まで冷却される。この際、冷却槽 6 0 内に設けられた液面レベルセンサ 8 5 E により、内部の濃縮硫酸 B の量が所定範囲に保たれるように、第 4 バルブ 9 4 の開き具合が調節される。

ここで冷却された濃縮硫酸 B は、ポンプ 7 0 によって硫酸輸送管 7 8 を通じてウェハ処理槽 1 0 0 に送られ、過酸化水素水と混合されてウェハ洗浄液 C として再生される。

【 0 0 3 6 】

上述のような第 1 実施形態によれば、次のような効果がある。

(1) ウェハ洗浄廃液 A 中の硫酸を濃縮する反応槽 1 0 と、得られた濃縮硫酸 B をウェハ処理槽 1 0 0 へ送るポンプ 7 0 とを備えている。したがって、ウェハ洗浄廃液 A に含有される水や過酸化水素水を除去することができるとともに、得られた濃縮硫酸 B を、ウェハ処理槽 1 0 0 へ送り、再びウェハの洗浄に利用することができる。しかも、ウェハの洗浄から、ウェハ洗浄廃液 A 中の硫酸の濃縮、そし

て濃縮硫酸Bの再利用までを連続的に行うことができ、非常に効率的である。これらにより、ウェハ洗浄処理コストも低減することができる。

(2)ウェハ洗浄廃液Aを加熱する第1～第3ヒータ20A、20B、20Cを備えているから、加熱によりウェハ洗浄廃液Aに含有される水等を気化させて除去することができ、濃縮操作をより迅速に行うことができる。

(3)導入口12から導入されたウェハ洗浄廃液Aを、各仕切板11および傾斜板16の間を上下に対流させながら濃縮処理を行っている。したがって、ウェハ洗浄廃液Aをじっくりと加熱することができ、硫酸を十分に濃縮することができるため、高濃度の濃縮硫酸Bを得ることができる。

【0037】

(4)傾斜板16を設けて、その表面を濃縮硫酸Bが流れ落ちるようにしているから、排出口13へ送られる際の濃縮硫酸Bの表面積が大きくなり、わずかに残留している水等の除去が一層進むこととなり、濃縮硫酸Bの質を向上させることができる。

(5)傾斜板16の表面に凹凸16Cが形成されているから、表面積が一層大きくなり、水等の除去をさらに効率的に行うことができる。

(6)水滴収納槽17が設けられているから、ウェハ洗浄廃液Aから一旦除去された水等が、再び濃縮硫酸Bへ混入して濃度の低下、質の悪化を招くことを防止することができる。

【0038】

(7)濃度調節槽50、硫酸タンク101、および硫酸輸送ポンプ77Aを設けて、新しい硫酸を供給して濃度調節を行える装置としている。したがって、反応槽10で得られた濃縮硫酸Bの濃度が所望の値よりも低い場合に、その濃度を硫酸リサイクル装置1内で容易に調節することができ、効率的である。また、このような装置を使用した場合でも、ウェハ洗浄廃液Aを全て廃棄処理するのに比べれば、新しい硫酸の使用量は、格段に少なくすることができる。

(8)冷却槽60を設けているから、濃縮処理後の高温の濃縮硫酸Bを所定温度まで冷却した後、ウェハ処理槽100へ輸送することができ、ポンプ70等に悪影響を及ぼすこともない。

(9)複数の液面レベルセンサ85B、85C、85D、85Eにより、反応槽10、原料槽40、濃度調節槽50、冷却槽60の液量を管理しているから、濃縮処理を所定速度で十分に行うことができるとともに、各層10、40、50、60内で、ウェハ洗浄廃液A、濃縮硫酸Bがオーバーフローすることを防止できる。

【0039】

(10)反応槽10内に第1～第3ヒータ20A、20B、20Cの3個の加熱装置を設けて、各仕切板11によって仕切られた各空間を個別に加熱しているから、効率よくウェハ洗浄廃液Aを加熱することができる。これにより、濃縮処理を速やかに行うことができる。

(11)反応槽10内に複数の温度センサ80を設けているから、ウェハ洗浄廃液Aの異常過熱によって硫酸が分解したり、反応槽10が腐蝕されるという問題を回避することができる。

(12)反応槽10の底面10A、側面10Bを保温材18で覆っているから、その断熱効果により、反応槽10内の温度を容易に所定範囲に維持できる。また、保温材18により、周囲の部材へ熱が伝わることを防止できる。

【0040】

[第2実施形態]

本発明の第2実施形態を図4から図6に基づいて説明する。第2実施形態において、第1実施形態と同一構成要素は同一符号を付して説明を省略もしくは簡略にする。

図4には、第2実施形態に係る硫酸リサイクル装置201の概略構成が示されている。

硫酸リサイクル装置201は、内部容量が5リットルの反応槽10と、この反応槽10に取り付けられた加熱装置としての第1～第3ヒータ20A、20B、20Cと、吸引装置としてのアスピレータ230と、内部容量が2リットルの原料槽40と、内部容量が5リットルの冷却槽260と、ポンプ70とを主要構成要素として備えている。

【0041】

反応槽10の導入口12には、第1バルブ91を有するフッ素樹脂製の廃液注入管71が取り付けられ、この廃液注入管71を介してウェハ洗浄廃液Aが原料槽40から反応槽10に導入される。この第1バルブ91が開放された状態では、ウェハ洗浄廃液Aが反応槽10に自動的に流下する。

反応槽10の排出口13には、濃縮硫酸Bを濃度調節槽250へ送る濃縮硫酸排出管72が取り付けられている。

反応槽10は排気管73を介してアスピレータ230と連結されている。排気管73の略中央部には、水冷式の冷却装置31が取り付けられている。この冷却装置31には、冷却水管231Aが取り付けられており、硫酸リサイクル装置1の外部から冷却水管231Aに導入された水は、冷却装置31内を流れた後、再び硫酸リサイクル装置1の外部へ排出されていく。

【0042】

アスピレータ230には、吸水管230Aおよび排水管230Bが取り付けられており、吸水管230Aに設けられた吸水ポンプ230Cを作動させることで、貯水タンク230D内の水がアスピレータ230を通る。このアスピレータ230により、濃縮処理中の反応槽10内は、吸引されて所定の減圧状態に維持されることとなる。

反応槽10から吸引された空気は、少量の硫酸が混合されているが、この硫酸はアスピレータ230および排水管230Bを通る水に混合されて貯水タンク230D内に蓄えられる。貯水タンク230Dには冷却水管231Aが接続されている。

【0043】

反応槽10の内側には、第1実施形態と同様に、導入口12側から排出口13側へ向かって、石英ガラス製の第1～第3仕切板11A、11B、11Cが、この順に設置され、ウェハ洗浄廃液Aの進行方向を変化させるようにしている。

第3仕切板11Cと、排出口13との間には、第1実施形態と同様構造の傾斜板16が設置されている。

反応槽10の内側面には、反応槽10の壁面から張り出すように、石英ガラス製の水滴収納槽217が設けられている。この水滴収納槽217は、反応槽10

の内壁周方向に沿って水平面内で連続形成されている。

【 0 0 4 4 】

反応槽 1 0 の天井面 1 0 C を貫通するようにして、第 1 ～ 第 3 ヒータ 2 0 A、2 0 B、2 0 C が、その下端をウェハ洗浄廃液 A 内に浸るようにして取り付けられている。これら各ヒータ 2 0 は、第 1 実施形態と同じ構造であるが、これらにより、各仕切板 1 1 および傾斜板 1 6 で仕切られた各空間内のウェハ洗浄廃液 A を、1 5 0℃以上 3 1 5℃以下、好ましくは、1 8 0℃以上 2 5 0℃以下の範囲で加熱する。

反応槽 1 0 の上部には、第 1 実施形態と同様に、複数の温度センサ 8 0 および液面レベルセンサ 8 5 B が取り付けられ、さらに、排気圧力ゲージ 2 8 0 が取り付けられている。

【 0 0 4 5 】

原料槽 4 0 は、第 1 実施形態と同様構造であるが、供給管 2 4 1 を通じて純水 (D I W) が導入される。この純水はウェハ洗浄廃液 A や濃縮硫酸 B が流通するライン全体の洗浄のために使用される。

冷却槽 2 6 0 は、その内部に濃縮硫酸排出管 7 2 が導入されているとともに、下端には硫酸輸送管 7 8 が取り付けられている。この硫酸輸送管 7 8 には、ポンプ 7 0 が取り付けられるとともに、さらにポンプ 7 0 とウェハ処理槽 1 0 0 との間に第 6 バルブ 9 6 が取り付けられている。ポンプ 7 0 の作動によって、濃度調節槽 2 5 0 の濃縮硫酸は硫酸輸送管 7 8 を通ってウェハ処理槽 1 0 0 に供給される。

【 0 0 4 6 】

冷却槽 2 6 0 には複数の液面レベルセンサ 8 5 E が取り付けられ、これらにより、内部の濃縮硫酸 B の量がほぼ一定範囲に保たれるように、第 4 バルブ 9 4 の開き度合いが調節されている。

冷却槽 2 6 0 の概略構成が図 5 に示されている。

図 5 において、冷却槽 2 6 0 は、それぞれ石英ガラスから形成された内側密閉容器 2 6 1 と、外側密閉容器 2 6 2 とを備えて構成されている。これらの容器 2 6 1、2 6 2 の間には所定の空間 S が形成されており、この空間 S には冷却水管

231Aを介して冷却水が流通されることで、内側容器261の内部に収納された高温の濃縮硫酸が冷却される。

【0047】

図4に戻って、濃縮硫酸Bの濃度調節用の新しい硫酸を注入するフッ素樹脂製の硫酸注入管77の一端が、反応槽14の内部に導入されている。この硫酸注入管77の他の一端は、硫酸リサイクル装置201の内部に設置された硫酸タンク101内に導入されている。硫酸注入管77の略中央部には、硫酸輸送ポンプ77Aおよび第5バルブ95が設けられている。これらにより、反応槽10で得られた濃縮硫酸の濃度が所定の濃度未満の場合に、硫酸タンク101から、硫酸輸送ポンプ77Aで硫酸をくみ上げ、硫酸注入管77を通じて濃度調節槽50に注入し、濃縮硫酸Bの濃度を所定値まで上昇させる。

第2実施形態では、濃縮硫酸Bの濃度は、主に、反応槽10の内部の加熱温度、反応槽10に供給されるウェハ洗浄廃液Aの単位時間あたりの量から設定される。

【0048】

反応槽10の底部には2本の廃液供給管202の一端部がそれぞれ接続され、硫酸輸送管78から廃液供給管203が分岐され、これらの廃液供給管202、203の他端部は廃液タンク204に導入されている。

廃液供給管202、203には、それぞれバルブ205が設けられており、これらのバルブ205を操作することで、反応槽10および冷却槽260の内部にある濃縮硫酸が廃液として廃液タンク204に供給される。

また、廃液タンク204には液面センサ206が設けられている。

【0049】

原料槽40には、排気ライン79が取り付けられており、その内部に発生した水蒸気等のガスを硫酸リサイクル装置201の外部に排出できるようにされている。

硫酸リサイクル装置201を構成するポンプはバルブ207を介してポンプ駆動用エアが供給され、バルブ、その他の駆動装置はバルブ208を介して駆動エアが供給される。

【0050】

第2実施形態では、硫酸リサイクル装置201はケーシング210に収納されている。

このケーシング210の外観構成が図6に示されている。図6(A)はケーシング210の正面図であり、図6(B)はケーシング210の側面図である。

図6において、ケーシング210は、略箱状に形成されるとともに反応槽10、冷却槽260およびその他の構成部材が収納された本体210Aと、この本体210Aの下面に設けられたキャスタ210Bと、このキャスタ210Bに近接配置されたストッパ210Cとを備えて構成されている。ケーシング210内に収納された硫酸リサイクル装置201は、キャスタ210Bによって任意の場所に容易に搬送できることになり、ストッパ210Cにより、任意の場所に固定される。

【0051】

本体210Aの正面の中央部および左上部には、ケーシング210の内部が見えるようにするためにガラス等の透光性部材からなる窓211が2箇所設けられている。

本体210Aの右上部には硫酸リサイクル装置201を作動させるための装置、例えば、バルブ類、ポンプ類を操作するための操作パネル212が設けられている。この操作パネル212には硫酸リサイクル装置201の模式図、操作ボタン・スイッチ、他に、作業手順も表示される。

【0052】

第2実施形態の硫酸のリサイクルは、第1実施形態とほぼ同じであるが、相違点を中心に簡単に説明する。

まず、洗浄後の硫酸濃度が低下した所定温度、例えば、150℃のウェハ洗浄廃液Aを、原料輸送ポンプ75Bで原料槽40へ所定速度で送る。

原料槽40内に一旦貯留されたウェハ洗浄廃液Aは、ここから、反応槽10へ所定速度、例えば、10分あたり2リットルで注入されることとなる。ここで、反応槽10内のウェハ洗浄廃液Aがほぼ一定量に保たれるようにする。

【0053】

反応槽 1 0 内に注入されたウェハ洗浄廃液 A は、先ず第 1 仕切板 1 1 A の下端と反応槽 1 0 の底面 1 0 A との隙間から、各仕切板 1 1 A ~ 1 1 C の間を移行するが、1 5 0 °C 以上 3 1 5 °C 以下の範囲で加熱されたヒータ 2 0 A, 2 0 B, 2 0 C によって徐々に加熱され、その内部に含有される水等が除去されて硫酸の濃縮が進行する。

このようにして得られた濃縮硫酸 B は、反応槽 1 0 の排出口 1 3 から濃縮硫酸排出管 7 2 を通じて、冷却槽 2 6 0 に送られ、ここで、約 1 5 0 °C 程度の温度まで冷却される。この際、冷却槽 6 0 内に設けられた液面レベルセンサ 8 5 E により、内部の濃縮硫酸 B の量が所定範囲に保たれるように、第 4 バルブ 9 4 の開き具合が調節される。

ここで冷却された濃縮硫酸 B は、ポンプ 7 0 によって硫酸輸送管 7 8 を通じてウェハ処理槽 1 0 0 に送られ、過酸化水素水と混合されてウェハ洗浄液 C として再生される。

【0 0 5 4】

上述のような第 2 実施形態によれば、第 1 実施形態の (1) ~ (6) (10) ~ (12) と同様の作用効果を奏することができる他に、次の作用効果を奏することができる。(13) 水滴収納槽 1 7 が反応槽 1 0 の内壁周面に沿って設けられているから、ウェハ洗浄廃液 A から一旦除去された水等が、再び濃縮硫酸 B へ混入して濃度の低下、質の悪化を招くことをより効果的に防止することができる。

(14) 硫酸タンク 1 0 1 および硫酸輸送ポンプ 7 7 A を設け、新しい硫酸を必要に応じて供給して濃度調節を行った場合には、反応槽 1 0 で得られた濃縮硫酸 B の濃度が所望の値よりも低い場合に、その濃度を簡単に高くすることができる。

【0 0 5 5】

(15) 冷却槽 2 6 0 を設けているから、濃縮処理後の高温の濃縮硫酸 B を所定温度まで冷却した後、ウェハ処理槽 1 0 0 へ輸送することができ、ポンプ 7 0 等に悪影響を及ぼすこともない。

(16) 冷却槽 2 6 0 を、内側密閉容器 2 6 1 と、外側密閉容器 2 6 2 とを備えて構成し、これらの容器 2 6 1, 2 6 2 の間の空間 S に冷却水を流通させる構成としたから、流水により冷却効果が高くなるとともに、多量の冷却水で容器を浸す必

要がないので、冷却槽 2 6 0 を小型化することができる。

【 0 0 5 6 】

(17) 反応槽 1 0 内の加熱温度を 3 1 5 °C 以下としたから、反応槽として使用される部品の材質が高い耐火性の部材に制限されないので、装置が大型化、複雑化することを回避することができ、しかも、加熱温度を 1 5 0 °C 以上としたので、硫酸濃縮効率（脱水効率）が高く、所期の効果を達成することができる。

(18) 複数の液面レベルセンサ 8 5 C、8 5 D、8 5 E により、反応槽 1 0、原料槽 4 0、冷却槽 2 6 0 の液量を管理しているから、濃縮処理を所定速度で十分に行うことができるとともに、各層 1 0、4 0、2 6 0 内で、ウェハ洗浄廃液 A、濃縮硫酸 B がオーバーフローすることを防止できる。

(19) アスピレータ 2 3 0 は、吸水管 2 3 0 A および排水管 2 3 0 B 内を流通する水によって反応槽 1 0 内の空気を吸引する構成であるため、吸引された空気に少量の硫酸が混合されていても、この硫酸は貯水タンク 2 3 0 D 内の水に蓄えられることになる。そのため、硫酸が大気中に硫酸が放出されないので、環境上好ましい。

(20) キャスタ付きのケーシング 2 1 0 に硫酸リサイクル装置 2 0 1 を収納したので、装置全体の搬送が容易となる。

【 0 0 5 7 】

【実施例】

次に、第 2 実施形態の効果を確認するための実施例について説明する。

この実施例は、容量 5. 5 リットルの反応槽 1 0 の内部を所定の加熱温度（ヒータ温度）に設定し、容量 3 リットルの原料槽 4 0 から反応槽 1 0 に 2 リットルのテスト液を 1 6 分かけて供給する。反応槽 1 0 で所定時間加熱した後、このテスト液を 2 リットル、冷却槽 2 6 0 に送り、この冷却槽 2 6 0 からサンプルとしてサンプル容器に 2 リットル取り出す。以上の手順を 2 0 分で 1 サイクルとなるように繰り返す。

測定は 9 8 % 濃度で比重が 1.834 の硫酸を基準とし、サンプル容器内の硫酸の比重を求め、サンプル容器の硫酸の濃度を求める。

テスト結果を次に示す。

【 0 0 5 8 】

【実施例 1】

テスト液；濃度 8 3 . 5 % で 5 5 ℃ の硫酸

ヒータ設定温度；1 9 0 ℃

設定温度到達まで 4 0 分

その結果を表 1 に示す。

【 0 0 5 9 】

【表 1】

	テスト液	サンプル 1	サンプル 2	サンプル 3	サンプル 4	サンプル 5
比重 (g/cc)	1.7359	1.7634	1.7662	1.7656	1.7653	1.7636
濃度 (%)	83.5	87.3	87.7	87.6	87.6	87.3

【 0 0 6 0 】

【実施例 2】

テスト液；濃度 8 1 . 7 % で 4 5 ℃ の硫酸

ヒータ設定温度；1 9 0 ℃

設定温度到達まで 4 5 分

その結果を表 2 に示す。

【 0 0 6 1 】

【表 2】

	テスト液	サンプル 1	サンプル 2	サンプル 3	サンプル 4	サンプル 5
比重 (g/cc)	1.7228	1.765	1.7589	1.7568	1.7563	1.7556
濃度 (%)	81.7	86	86.7	86.4	86.3	86.2

【 0 0 6 2 】

【実施例3】

テスト液；濃度84.6%で55℃の硫酸

ヒータ設定温度；200℃

設定温度到達まで55分

その結果を表3に示す。

【0063】

【表3】

	テスト液	サンプル1	サンプル2	サンプル3	サンプル4
比重 (g/cc)	1.7439	1.7703	1.7712	1.7711	1.7706
濃度 (%)	84.6	88.3	88.4	88.4	88.3

【0064】 ヒータ設定温度（加熱温度）を 90℃～230℃の範囲

【実施例4】

テスト液；濃度91.5%で120℃の硫酸

ヒータ設定温度；230℃

設定温度到達まで29分

その結果を表1に示す。

【0065】

【表4】

	テスト液	サンプル1	サンプル2	サンプル3
比重 (g/cc)	1.7933	1.8145	1.816	1.8168
濃度 (%)	91.5	94.4	94.7	94.8

【0066】

【実施例5】

テスト液；濃度 85.2% で 90℃ の硫酸

ヒータ設定温度；230℃

設定温度到達まで 37 分

その結果を表 5 に示す。

【0067】

【表 5】

	テスト液	サンプル 1	サンプル 2	サンプル 3
比重 (g/cc)	1.7479	1.7913	1.7924	1.7962
濃度 (%)	85.2	91.2	91.4	91.9

【0068】

以上の実施例から、ヒータ設定温度（加熱温度）を 190℃～230℃ の範囲では、テスト液が濃縮されたことがわかる。

【0069】

なお、本発明は前記実施形態に限定されるものではなく、本発明の目的を達成できる範囲での変形、改良は、本発明に含まれるものである。

例えば、前記各実施形態では、反応槽 10 内に、第 1～第 3 仕切板 11A、11B、11C を設けていたが、これに限定されない。すなわち、2 枚以下の仕切板を設けてもよく、4 枚以上の仕切板を設けてもよい。また、仕切板 11 の配置も限定されず、例えば、ウェハ洗浄液が反応槽内を水平方向に蛇行しながら排出口へ向かうように、2 つの側壁間に、一方の側壁から所定間隔を空けるように設けられた仕切板を、互い違いに配置する構造でもよい。さらに、傾斜板 16 を設けていたがこれに限られない。すなわち、傾斜していない垂直な仕切板を用いることもできる。なお、仕切板、傾斜板は設けなくても構わない。

【0070】

前記各実施形態では、加熱装置としてヒータ 20 を設けていたが、設けなくともよい。例えば、減圧度を高めて常温で水や過酸化水素水を除去する装置でもよ

い。また、反応槽 1 0 の排気口 1 4 の下を覆うように水滴収納槽 1 7 を設けていたが、設けなくともよい。また、水滴収納槽 1 7 を設ける位置は、前記実施形態のように少なくとも、排出口 1 3 の上方、かつ、排気口 1 4 の下部を覆うものであればよく、例えば、側面全周に亘って設けることもできる。

さらに、反応槽 1 0 における導入口 1 2、排出口 1 3、排気口 1 4 の位置は、前記実施形態の位置に限定されず、任意に設定することができる。

【 0 0 7 1 】

前記各実施形態では、反応槽 1 0 の内部に、第 1 ～ 第 3 ヒータ 2 0 A、2 0 B、2 0 C の 3 個のヒータを用いていたが、これに限定されない。すなわち、仕切板によって仕切られる空間の数等によって任意の数に設定することができる。また、加熱装置としては、前記実施形態のように内部から加熱するものに限定されず、外部から反応槽を加熱する装置を用いることもできる。

その他、温度センサ 8 0、液面レベルセンサ 8 5 B 等の数も、使用する反応槽に応じて適宜設定することができる。

【 0 0 7 2 】

前記実施形態では、原料槽 4 0 を使用していたが、これは特に用いなくともよい。すなわち、ウェハ処理槽から、直接反応槽へウェハ洗浄廃液を注入するような構造を採用することもできる。

また、前記実施形態では、濃度調節槽 5 0 を設け、濃縮硫酸 B に新しい硫酸を注入して濃度調節を行っていたが、反応槽における濃縮処理のみで十分な濃度の濃縮硫酸が得られる場合には、濃度調節槽を特に設けなくともよい。

さらに、前記実施形態では、冷却槽 6 0 を設けていたが、特に設けなくともよい。

【 0 0 7 3 】

前記各実施形態では、反応槽 1 0、原料槽 4 0、濃度調節槽 5 0、冷却槽 6 0、冷却槽 2 6 0、仕切板 1 1、傾斜板 1 6 の材質に石英ガラスを用いていたが、これに限定されない。すなわち、高温の濃硫酸に接触しても腐蝕されない、その他の材質を採用することもできる。

また、前記各実施形態では、冷却装置 3 1 として水冷式のものを採用していた

が、これに限定されず、空冷式の冷却装置を用いても構わない。

さらに、ポンプ 70 を用いていたが、これに限定されず、例えば、ダイヤフラムポンプ等を使用することもできる。

その他、本発明を実施する際の具体的な構造および形状等は、本発明の目的を達成できる範囲内で他の構造としてもよい。

【0074】

【発明の効果】

本発明によれば、ウェハ洗浄廃液中の硫酸を濃縮する反応槽と、得られた濃縮硫酸をウェハ処理槽へ送る供給装置とを備えている。したがって、ウェハ洗浄廃液中の水や過酸化水素水を濃縮除去することができるとともに、得られた濃縮硫酸を、ウェハ処理槽へ送り、再びウェハの洗浄に利用することができる。しかも、ウェハの洗浄から、ウェハ洗浄廃液中の硫酸の濃縮、そして濃縮硫酸の再利用までを連続的に行うことができ、非常に効率的である。これらにより、ウェハ洗浄処理コストも低減することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の第 1 実施形態に係る硫酸リサイクル装置を示す概略構成図である。

【図 2】

図 1 の実施形態における反応槽を示す断面図である。

【図 3】

図 1 の実施形態における傾斜板を示す斜視図である。

【図 4】

本発明の第 2 実施形態に係る硫酸リサイクル装置を示す概略構成図である。

【図 5】

図 4 の実施形態における冷却槽を示す一部を破断した斜視図である。

【図 6】

(A) は図 4 の実施形態におけるケーシングを示す正面図であり、(B) はその側面図である。

【符号の説明】

1, 201 硫酸リサイクル装置

10 反応槽

10C 天井面

11 (11A、11B、11C) 仕切板

12 導入口

13 排出口

14 排気口

16 傾斜板

16C 凹凸

17 水滴収納槽

20 (20A、20B、20C) 加熱装置としてのヒータ

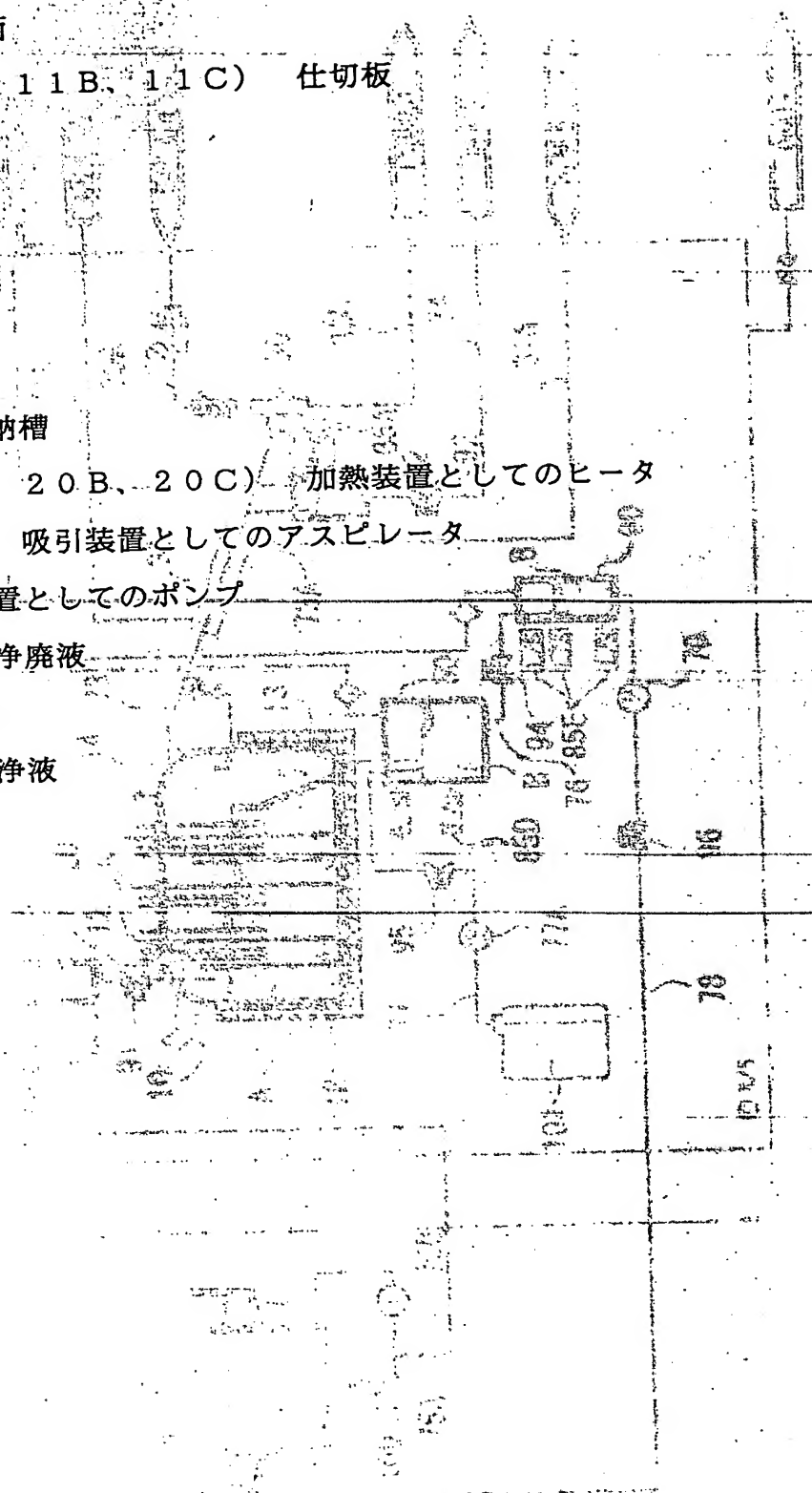
30, 230 吸引装置としてのアスピレータ

70 供給装置としてのポンプ

A ウェハ洗浄廃液

B 濃縮硫酸

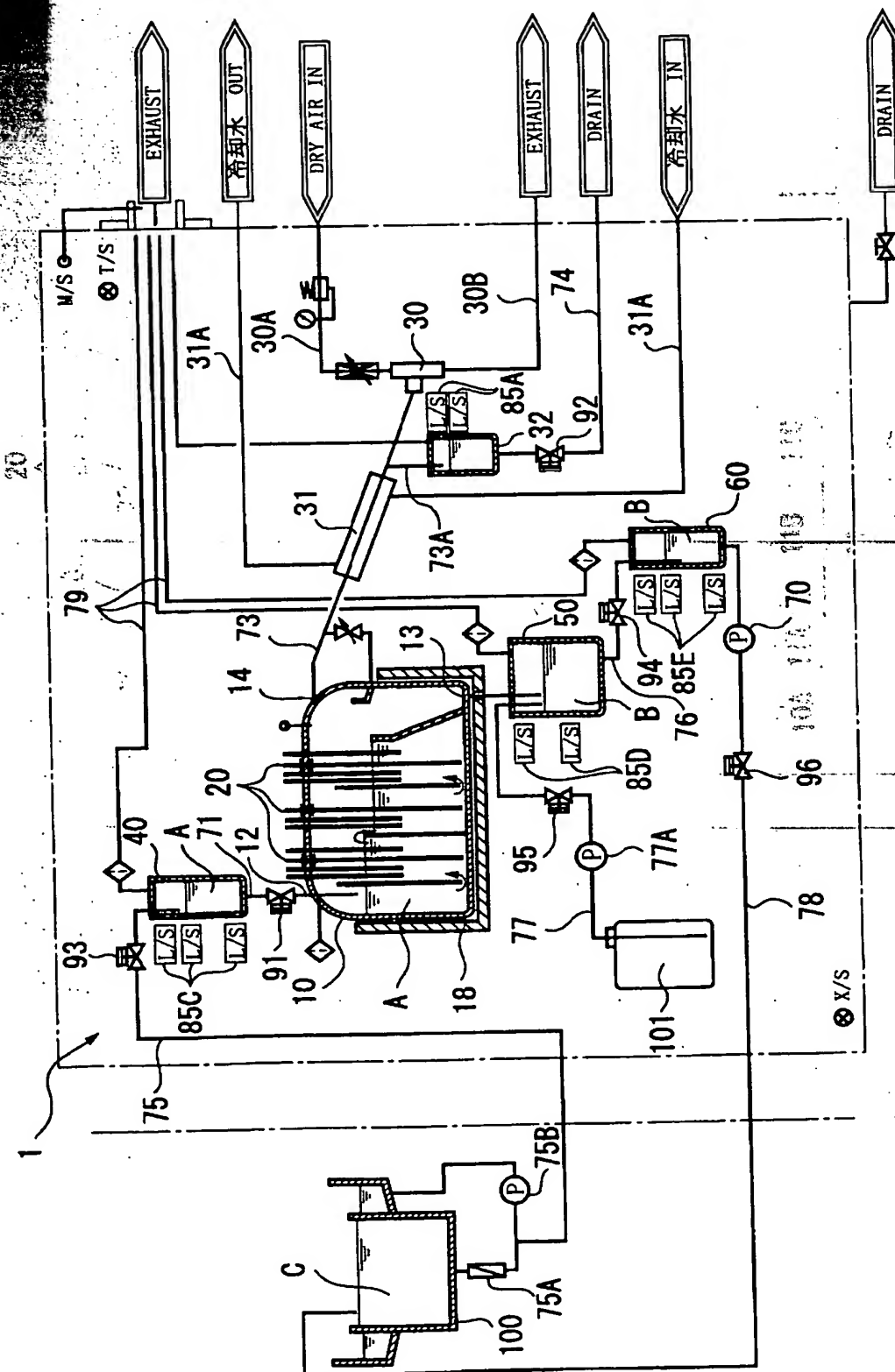
C ウェハ洗浄液



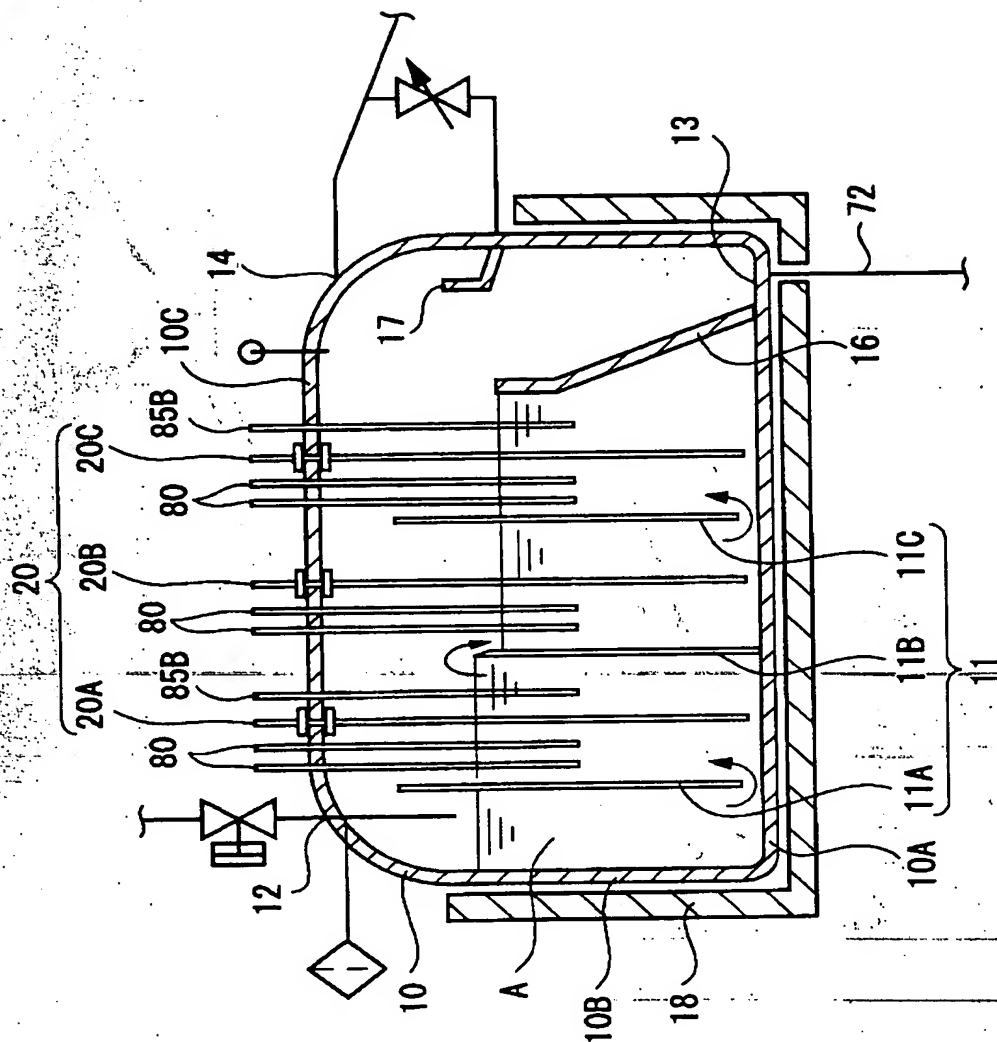
【書類名】

図面

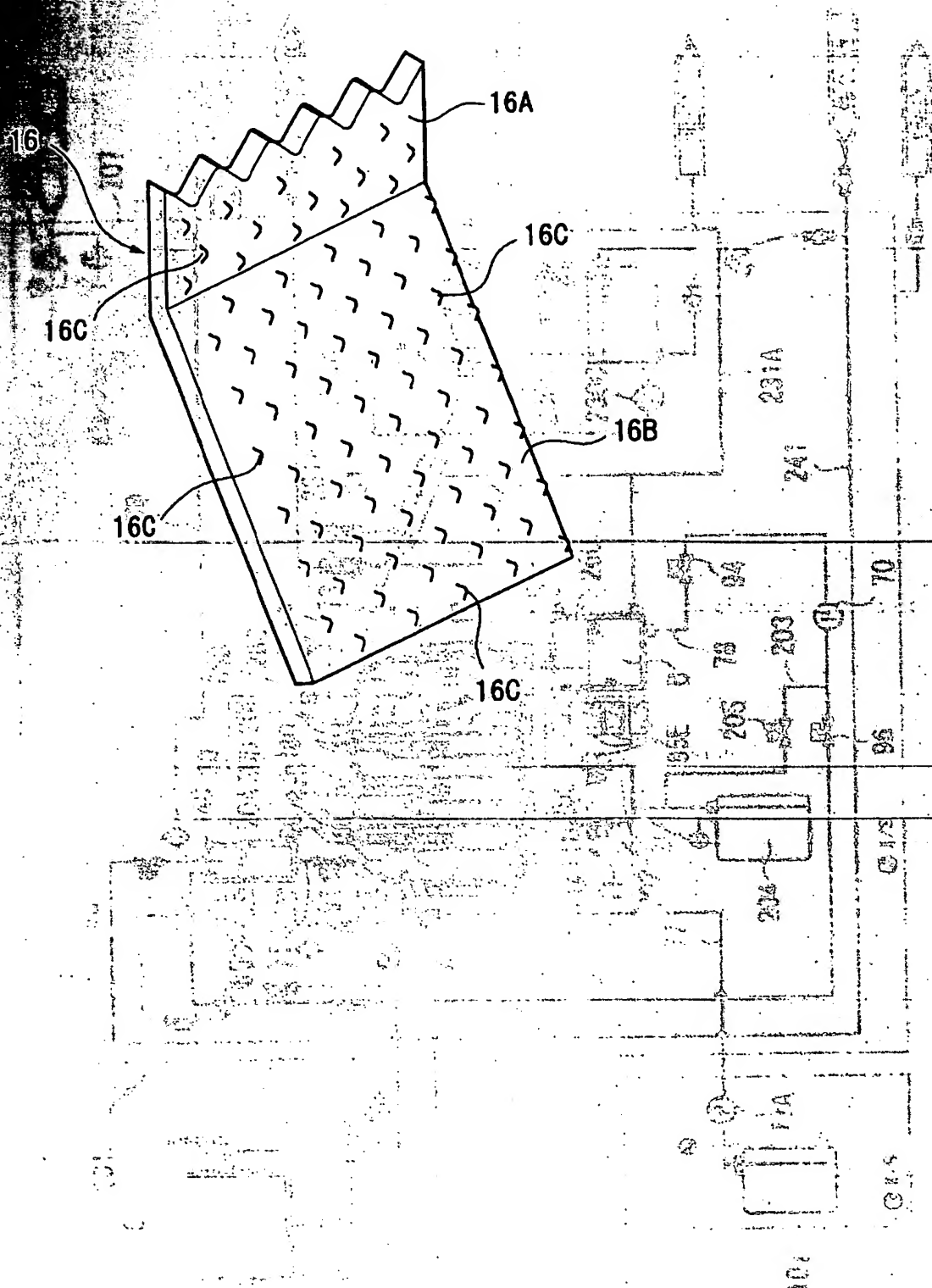
【図1】



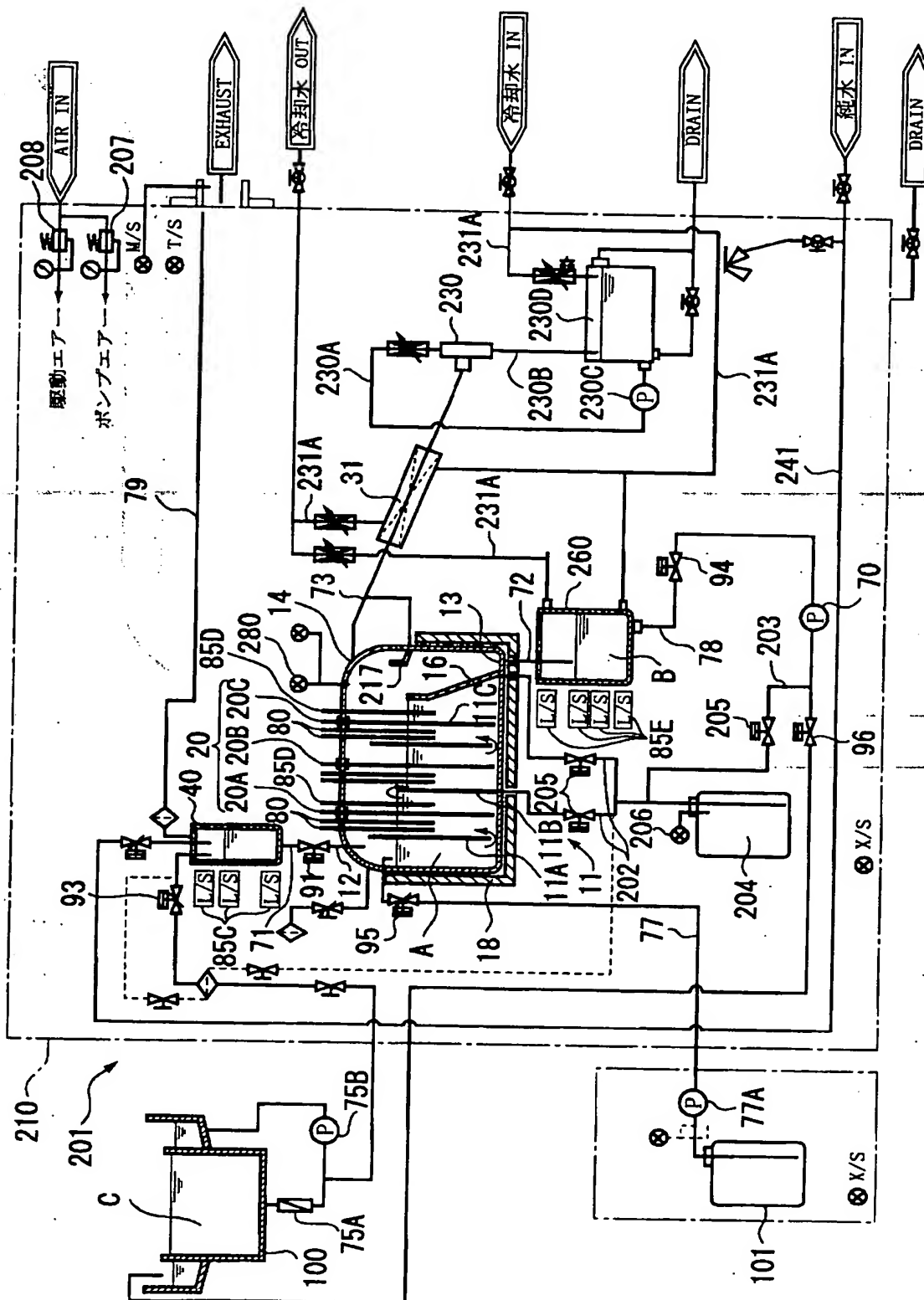
【図 2】



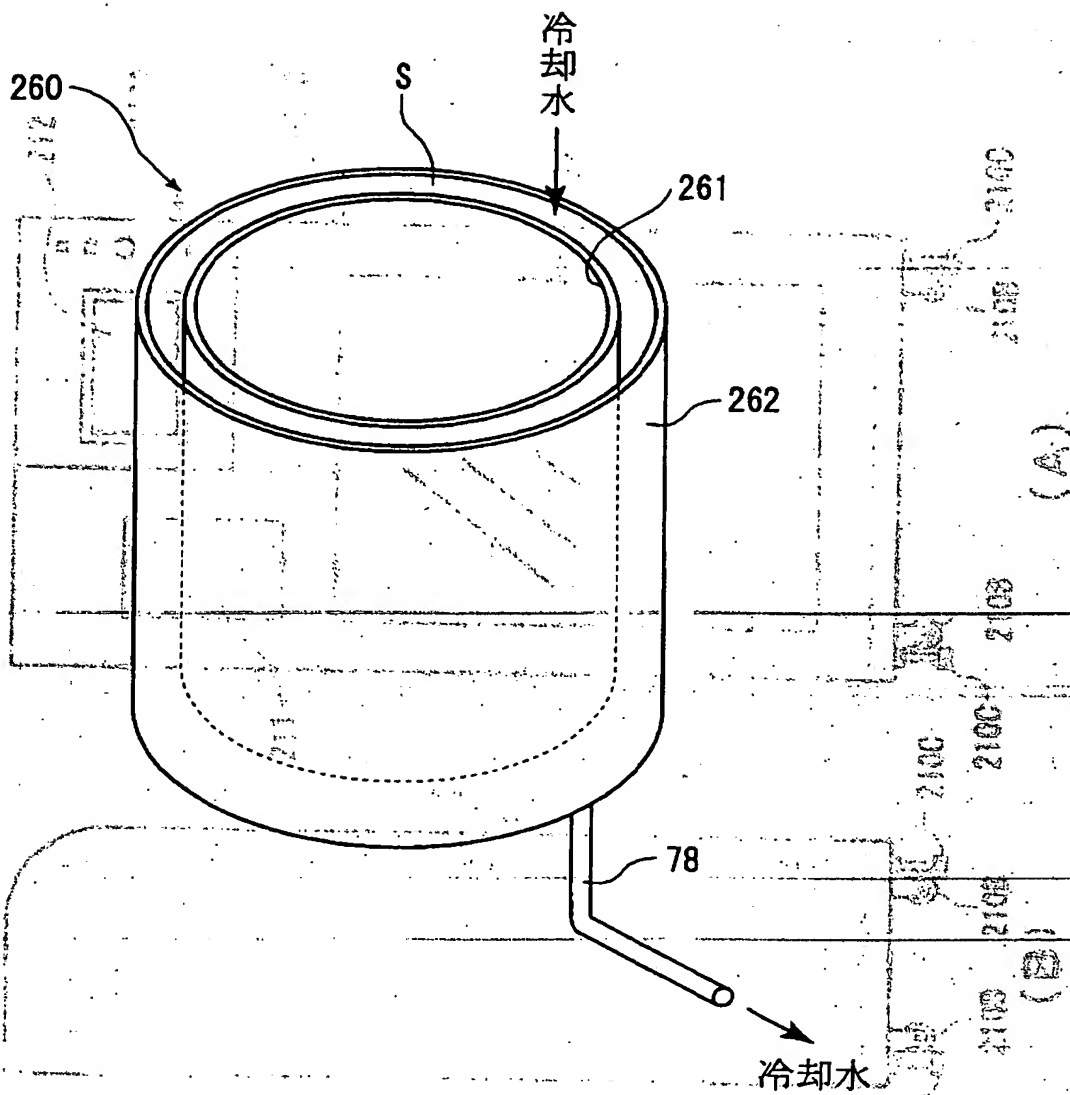
【図3】



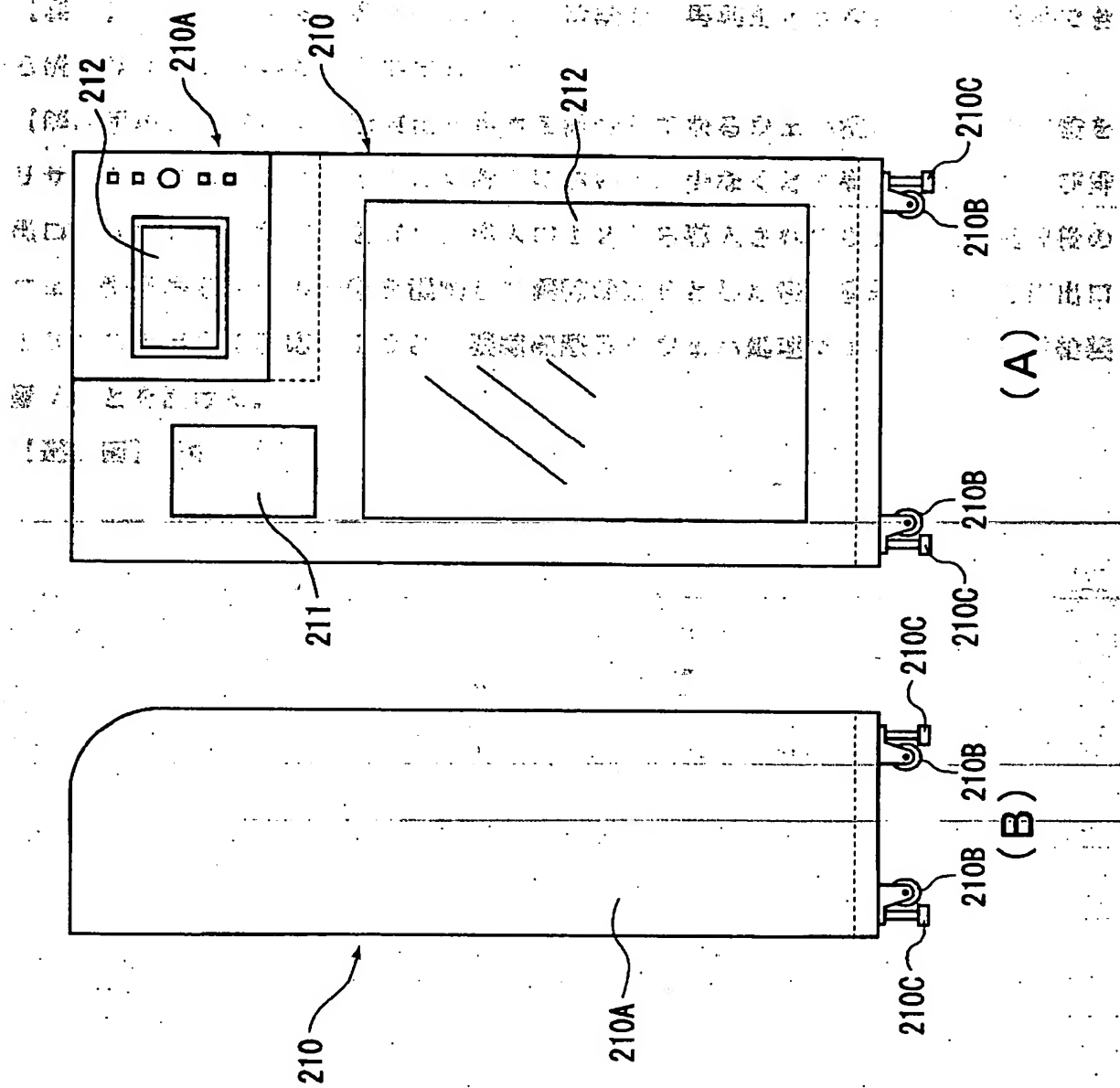
【図4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ウェハ洗浄後の濃度の低下した硫酸を、再利用可能な濃度まで濃縮できる硫酸リサイクル装置を提供すること。

【解決手段】 硫酸および過酸化水素水を混合してなるウェハ洗浄液C中の硫酸をリサイクルする硫酸リサイクル装置1において、少なくとも導入口12および排出口13の2つの開口部を有し、導入口12から導入されたウェハ洗浄処理後のウェハ洗浄廃液A中の硫酸を濃縮して濃縮硫酸Bとした後、濃縮硫酸Bを排出口13から排出する反応槽10と、濃縮硫酸Bをウェハ処理槽100へ送る供給装置70とを設ける。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [595175943]

1. 変更年月日 1995年12月14日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都大田区矢口2丁目4番19号

氏 名 株式会社サンテックシステム